

BAB IV

HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

A. Hasil Penelitian

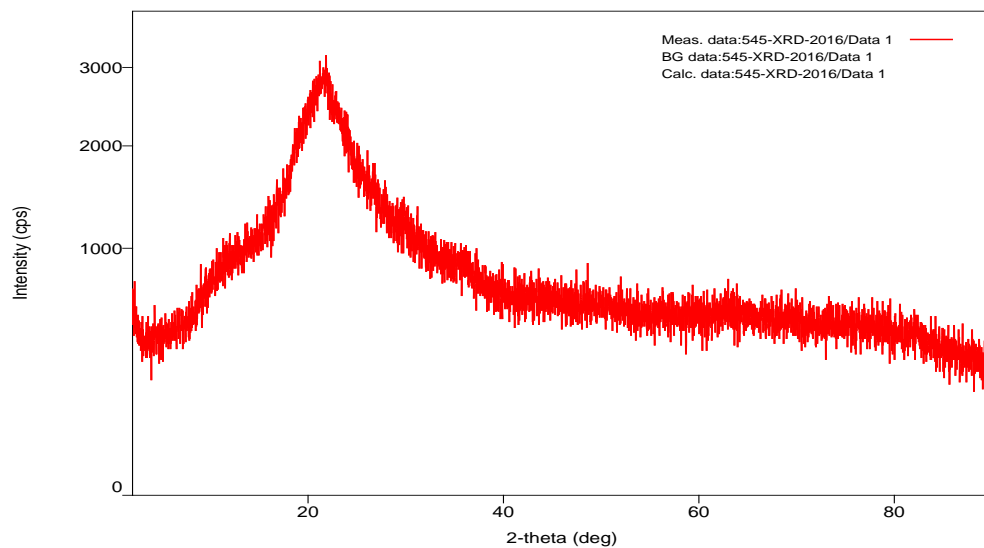
Penelitian yang telah dilakukan bertujuan untuk menentukan waktu *aging* optimal pada sintesis zeolit dari abu sekam padi pada temperatur kamar dan mengetahui pengaruh waktu *aging* terhadap karakter zeolit hasil sintesis dari abu sekam padi.

Penelitian ini terdiri atas beberapa proses, yakni proses pengabuan sekam padi, sintesis zeolit dan karakterisasi serbuk hasil sintesis. Hasil dari masing-masing proses dan data yang dihasilkan dijabarkan sebagai berikut.

1. Pengabuan Sekam Padi

Sekam padi yang digunakan berasal dari tempat pembuatan batu bata di dusun Ngampon, Sitimulyo, Piyungan, Bantul, Yogyakarta. Hasil yang diperoleh dalam proses pengabuan sekam padi adalah abu sekam yang berwarna putih dan bercampur sedikit warna hitam. Selanjutnya abu sekam yang berwarna putih dipisahkan secara manual, kemudian digerus dan diayak dengan ayakan 200 *mesh*, sehingga diperoleh abu sekam padi berwarna putih dan halus.

Hasil analisa silika dari abu sekam padi menggunakan XRD ditunjukkan pada Gambar 4.

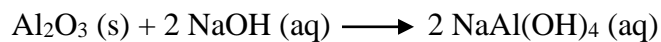


Gambar 4. Difraktogram Abu Sekam Padi

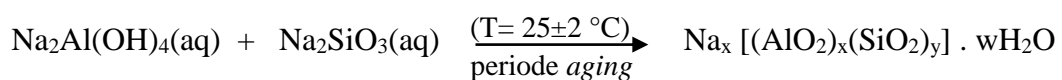
Pola difraktogram pada Gambar 4 menunjukkan bahwa abu sekam padi yang dihasilkan bersifat amorf dengan satu puncak tajam pada sudut 2θ : $21,16^\circ$.

2. Sintesis Zeolit

Sintesis zeolit dilakukan dengan mereaksikan larutan natrium silikat dari abu sekam padi dan larutan natrium aluminat. Hasil dari sintesis tersebut berupa serbuk berwarna putih. Reaksi pembentukan larutan natrium silikat dan larutan natrium aluminat menurut Widi Astuti dan Indah Nurul Izzati (2015) adalah sebagai berikut.



Reaksi kimia proses pembentukan zeolit adalah sebagai berikut.



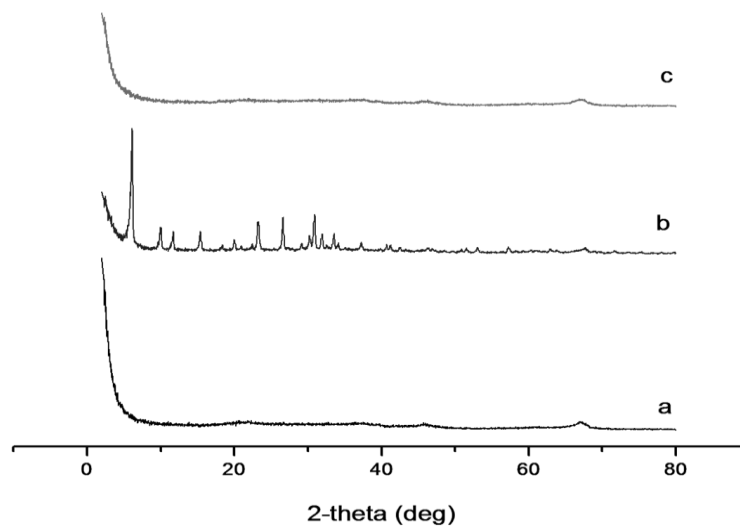
3. Karakterisasi Serbuk Hasil Sintesis

Karakterisasi serbuk hasil sintesis pada penelitian ini dilakukan dengan menggunakan difraksi sinar-x (XRD) dan spektroskopi inframerah (FTIR). Hasil karakterisasi serbuk hasil sintesis dijabarkan sebagai berikut.

a. Difraksi Sinar-X (XRD)

Karakterisasi dengan difraksi sinar-x (XRD) digunakan untuk mengetahui struktur kristal (kristalinitas) serbuk hasil sintesis. Karakterisasi ini menggunakan alat Difraktometer Sinar-X (XRD) merk Rigaku miniFlex 600 dengan pola sudut difraksi $2\theta(2-80^\circ)$. Data yang diperoleh dari karakterisasi ini disebut difraktogram.

Pola difraktogram hasil sintesis dengan berbagai variasi waktu *aging* ditunjukkan pada Gambar 5.



Gambar 5. Difraktogram Serbuk Hasil Sintesis dengan Variasi Waktu *Aging*
a) 24 Jam, b) 48 Jam, dan c) 72 Jam

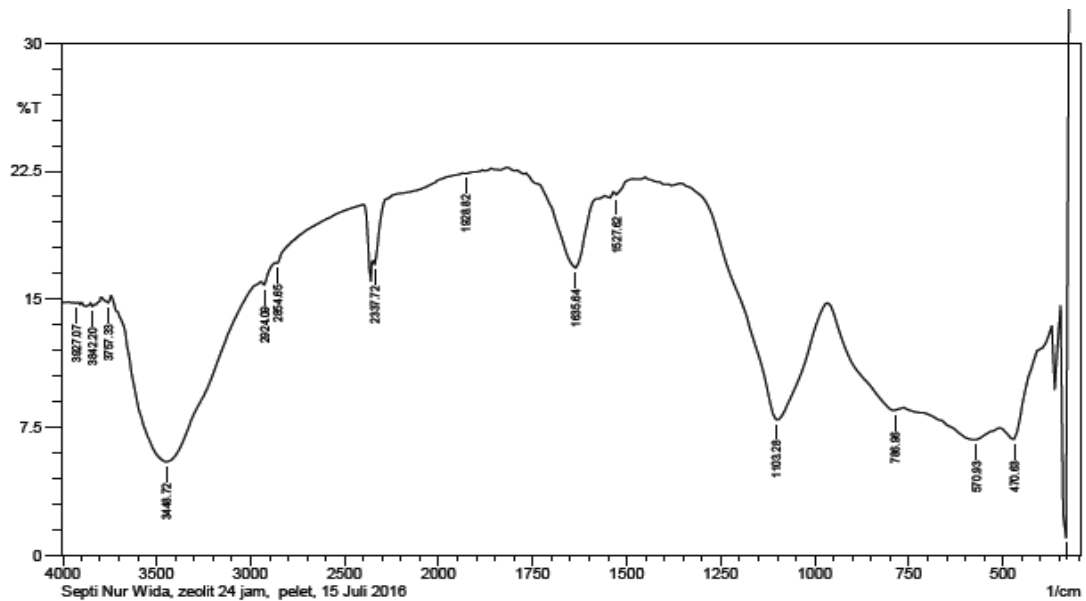
Gambar 5a menunjukkan sintesis zeolit yang dilakukan pada temperatur kamar dengan variasi waktu *aging* 24 jam menghasilkan serbuk yang memiliki

struktur amorf. Gambar 5b menunjukkan sintesis zeolit yang dilakukan pada temperatur kamar dengan variasi waktu *aging* 48 jam menghasilkan serbuk yang bersifat kristalin dan memiliki kristalinitas tinggi. Dalam difraktogram tersebut muncul puncak-puncak yang jelas dan memiliki intensitas ketajaman puncaknya tinggi, diantaranya pada sudut 2θ : $6,133^\circ$; $10,011^\circ$; $11,741^\circ$; $15,435^\circ$; $23,279^\circ$; $26,638^\circ$; dan $30,917^\circ$. Gambar 5c menunjukkan sintesis zeolit yang dilakukan pada temperatur kamar dengan variasi waktu *aging* 72 jam menghasilkan serbuk yang memiliki struktur amorf.

b. Spektroskopi Inframerah (FTIR)

Karakterisasi dengan spektroskopi inframerah (FTIR) digunakan untuk mengetahui gugus fungsi yang terkandung dalam serbuk hasil sintesis. Karakterisasi ini menggunakan alat Spektrofotometer FTIR Shimadzu 8201 PC pada daerah bilangan gelombang $300-4000\text{ cm}^{-1}$. Data yang diperoleh dari karakterisasi ini disebut spektrum inframerah.

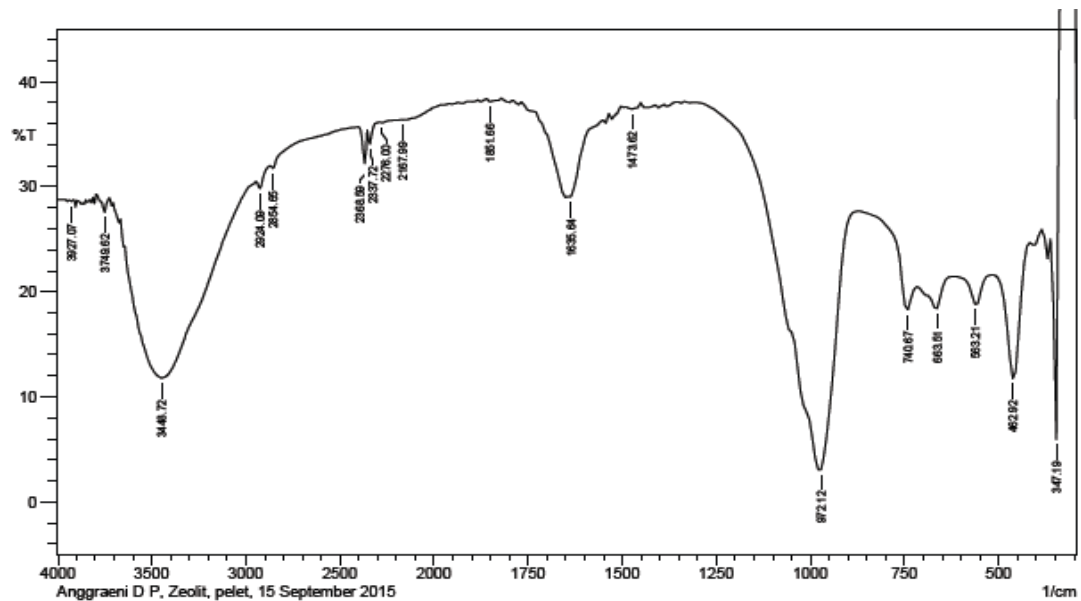
Spektrum inframerah serbuk yang dihasilkan dari sintesis pada temperatur kamar dengan lama waktu *aging* 24 jam ditunjukkan pada Gambar 6.



Gambar 6. Spektrum Inframerah Serbuk Hasil Sintesis pada Waktu *Aging* 24 Jam

Pada Gambar 6 dapat dilihat adanya beberapa serapan lemah yang muncul, diantaranya pada bilangan gelombang $3448,72\text{ cm}^{-1}$; $1635,64\text{ cm}^{-1}$; $1103,28\text{ cm}^{-1}$; $786,96\text{ cm}^{-1}$; $570,93\text{ cm}^{-1}$; dan $470,63\text{ cm}^{-1}$.

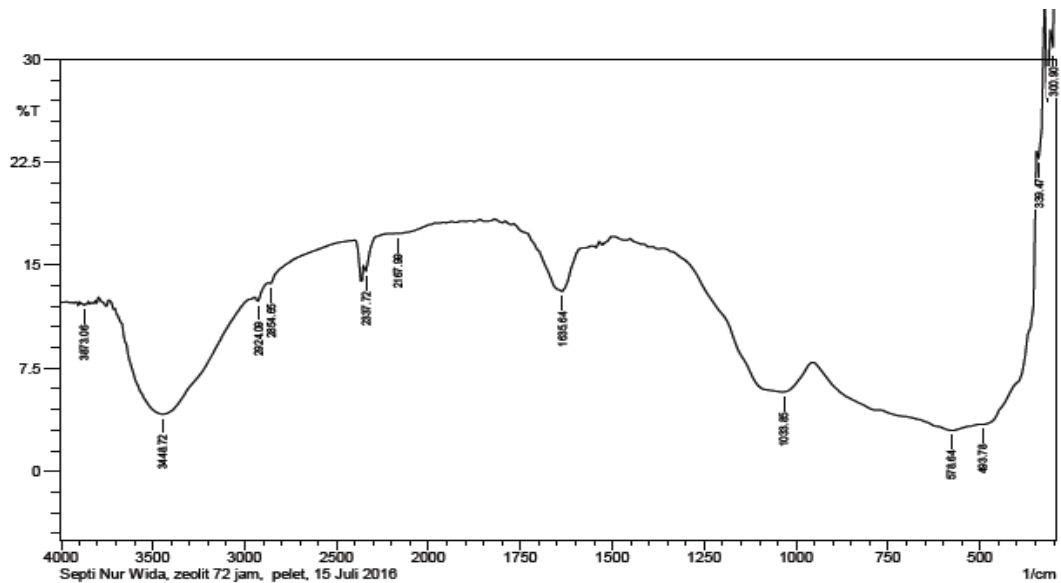
Spektrum inframerah serbuk yang dihasilkan dari sintesis pada temperatur kamar dengan lama waktu *aging* 48 jam ditunjukkan pada Gambar 7.



Gambar 7. Spektrum Inframerah Serbuk Hasil Sintesis pada Waktu *Aging* 48 Jam

Pada Gambar 7 dapat dilihat adanya beberapa puncak tajam yang muncul, diantaranya pada bilangan gelombang $3448,72\text{ cm}^{-1}$; $1635,64\text{ cm}^{-1}$; $972,12\text{ cm}^{-1}$; $740,12\text{ cm}^{-1}$; $563,21\text{ cm}^{-1}$; dan $462,92\text{ cm}^{-1}$.

Spektrum inframerah serbuk yang dihasilkan dari sintesis pada temperatur kamar dengan lama waktu *aging* 72 jam ditunjukkan pada Gambar 8.



Gambar 8. Spektrum Inframerah Serbuk Hasil Sintesis pada Waktu *Aging* 72 Jam

Pada Gambar 8 dapat dilihat adanya beberapa serapan lemah yang muncul, diantaranya pada bilangan gelombang $3448,72 \text{ cm}^{-1}$; $1635,64 \text{ cm}^{-1}$; $1033,85 \text{ cm}^{-1}$; $578,64 \text{ cm}^{-1}$; dan $493,78 \text{ cm}^{-1}$.

B. Pembahasan

Pembahasan hasil penelitian ini terdiri atas beberapa proses, diantaranya pengabuan sekam padi, sintesis zeolit, dan karakterisasi zeolit hasil sintesis. Hasil dan uraian masing-masing proses dijabarkan sebagai berikut.

1. Pengabuan Sekam Padi

Proses pengabuan sekam padi dalam penelitian ini diawali dengan pengambilan sampel sekam padi. Sekam padi dibersihkan dari pengotor padat dan dijemur di bawah sinar matahari hingga kering. Sekam padi yang telah kering dan bersih dibakar hingga menjadi arang berwarna hitam terlebih dahulu, dengan tujuan agar senyawa organik dan karbon terdekomposisi dan teroksidasi secara

sempurna sehingga diperoleh kemurnian abu yang tinggi. Kemudian arang diabukan dalam *muffle furnace* pada temperatur 600°C selama 8 jam.

Hasil yang diperoleh dari proses pengabuan sekam padi adalah abu yang berwarna putih dan bercampur sedikit warna hitam. Abu yang berwarna putih menunjukkan bahwa abu tersebut mengandung silika sebagai komponen utamanya, sedangkan warna hitam masih mengandung senyawa karbon yang belum terdekomposisi dan teroksidasi secara sempurna. Abu yang berwarna putih dipisahkan secara manual, kemudian digerus dan diayak dengan ukuran 200 *mesh*. Penggerusan dan pengayakan dilakukan untuk menghomogenkan ukuran dan memperluas permukaan abu sekam padi sehingga mempercepat adanya interaksi antarmolekul saat pembentukan natrium silikat.

Pada pola difraktogram Gambar 4 dapat dilihat bahwa abu sekam padi yang dihasilkan memiliki kristalinitas rendah (bersifat amorf) dengan satu puncak tajam pada sudut $2\theta = 21,16^\circ$. Menurut Kalapathy, Proctor, dan Shultz (2002), puncak tersebut merupakan puncak khas dari silika. Data hasil perbandingan antara abu sekam padi yang dihasilkan dengan data difraktogram silika dapat ditunjukkan pada Tabel 6.

Tabel 6. Hasil Perbandingan Data Difraktogram Abu Sekam Padi yang Dihasilkan dengan Data Difraktogram Silika

No.	Abu Sekam Padi		Silika Standar *	
	2 θ (deg)	d	2 θ (deg)	d
1.	21,16	4,194	22,00	4,041

*(Sumber: Kalapathy, Proctor, dan Shultz, 2002)

Berdasarkan data di atas dapat disimpulkan bahwa abu sekam padi yang dihasilkan mengandung silika dengan struktur amorf. Menurut Kirk dan Othmer

dalam Sholeh Nura Aditama (2015), silika amorf memiliki susunan atom dan molekul berbentuk pola acak dan tidak beraturan, sehingga dalam berbagai kondisi silika ini lebih reaktif daripada silika kristalin. Maka dari itu, abu sekam tersebut efektif digunakan untuk pembuatan natrium silikat.

2. Sintesis Zeolit

Pada penelitian ini, sintesis zeolit dilakukan dengan mereaksikan larutan natrium silikat dengan larutan natrium aluminat. Larutan natrium silikat dibuat dengan melarutkan NaOH dengan akuades, kemudian ditambahkan dengan abu sekam padi yang telah diayak. Pencampuran disertai dengan pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* selama 1 jam pada skala 6-8. Hal tersebut dimaksudkan untuk mempercepat reaksi antara larutan NaOH dengan silika yang terkandung dalam abu sekam padi sehingga diperkirakan silika dapat terlarut secara sempurna membentuk larutan natrium silikat. Sedangkan larutan natrium aluminat dibuat dengan melarutkan NaOH ke dalam akuades, ditambahkan Al_2O_3 dan dilarutkan dengan pemanasan disertai pengadukan pada skala 6-8 selama 1 jam. Pemanasan dan pengadukan dilakukan agar kristal Al_2O_3 dapat melarut sempurna dalam larutan NaOH membentuk larutan natrium aluminat.

Proses sintesis zeolit dilakukan dengan mencampurkan larutan natrium silikat dan larutan natrium aluminat disertai dengan pengadukan pada skala 2 selama 1 jam dan dilakukan pada keadaan basa. Keadaan basa tersebut dapat menyebabkan silikat dan aluminat berinteraksi sehingga terjadi polimerisasi ion-ion pembentuk zeolit. Pengadukan dilanjutkan pada periode *aging* yang dilakukan

dengan variasi waktu *aging* 24, 48, dan 72 jam pada suhu kamar ($T = 25 \pm 2^\circ\text{C}$) membentuk serbuk berwarna putih.

Pada proses pencampuran natrium silikat dan natrium aluminat terbentuk dua fasa, yaitu fasa padat sebagai gel amorf dan fasa larutan sebagai larutan lewat jenuh. Pembentukan zeolit terjadi pada saat kedua fasa tersebut berada pada keadaan setimbang (Sriyatun, 2004). Serbuk yang dihasilkan selanjutnya dicuci menggunakan akuades hingga filtrat mencapai pH 8. Proses pencucian ini bertujuan untuk mengurangi kandungan NaOH serta mineral-mineral sisa dari sintesis yang bukan menjadi bagian dari struktur zeolit. Kemudian serbuk dikeringkan dan selanjutnya dikarakterisasi menggunakan difraksi sinar-X (XRD) dan spektroskopi inframerah (FTIR).

3. Karakterisasi Serbuk Hasil Sintesis

Serbuk yang diperoleh dari hasil sintesis selanjutnya dikarakterisasi secara kualitatif. Karakterisasi dilakukan dengan menggunakan difraksi sinar-X (XRD) dan spektrofotometer inframerah (FTIR). Hasil analisis dari masing-masing karakterisasi dijabarkan sebagai berikut.

a. Analisis Difraktogram Hasil Sintesis

Difraksi sinar-X (XRD) merupakan metode analisis kualitatif yang digunakan untuk mengidentifikasi struktur kristal (kristalinitas) hasil sintesis. Struktur zeolit merupakan salah satu karakteristik penting dari zeolit (A.M. Fuadi dkk, 2012). Hasil yang diperoleh dari karakterisasi menggunakan difraksi sinar-X disebut difraktogram. Pola difraktogram yang dihasilkan berupa deretan puncak-puncak difraksi dengan intensitas yang bervariasi sepanjang nilai 2θ tertentu. Tiap puncak yang muncul mewakili satu bidang sampel yang memiliki orientasi

tertentu dalam sumbu tiga dimensi. Puncak-puncak yang diperoleh dari data pengukuran ini kemudian dicocokkan dengan standar difraksi sinar-X, yaitu JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction Standards*).

Gambar 5a menunjukkan bahwa sintesis zeolit pada temperatur kamar dengan lama waktu *aging* 24 jam belum menghasilkan zeolit. Hal tersebut nampak pada pola difraktogram dimana serbuk tersebut memiliki struktur amorf dan kristalinitas rendah. Tidak terbentuknya zeolit terjadi karena waktu *aging* yang terlalu singkat menyebabkan proses pembentukan inti kristal dan penataan strukturnya menjadi belum sempurna.

Gambar 5b menunjukkan puncak-puncak yang jelas dengan intensitas ketajaman puncaknya tinggi dan tajam pada beberapa nilai sudut 2θ . Puncak-puncak dari difraktogram hasil sintesis memiliki kemiripan dengan difraktogram standar difraksi sinar-X (JCPDS), yaitu PDF card No. 01-073-9586 Quality: B seperti yang ditunjukkan pada Tabel 7.

Tabel 7. Hasil Perbandingan Data Difraktogram Hasil Sintesis dan Zeolit Standar

No.	Hasil Sintesis		Zeolit Standar	
	2θ (deg)	d	2θ (deg)	d
1.	6,133	14,400	6,11	14,452
2.	10,011	8,829	9,99	8,850
3.	11,741	7,531	11,72	7,547
4.	15,435	5,736	15,42	5,743
5.	23,279	3,818	23,28	3,817
6.	26,638	3,343	26,63	3,345
7.	30,917	2,890	30,91	2,890

Berdasarkan hasil di atas menunjukkan bahwa puncak-puncak pada difraktogram hasil sintesis tersebut merupakan puncak spesifik untuk senyawa zeolit X (Na). Oleh karena itu, maka sintesis yang dilakukan dari abu sekam padi

pada temperatur kamar dengan waktu *aging* 48 jam telah berhasil membentuk senyawa zeolit X (Na). Hal tersebut terjadi karena dua fasa, yaitu fasa padat sebagai gel amorf dan fasa larutan sebagai larutan lewat jenuh yang terbentuk pada proses pencampuran natrium silikat dan natrium aluminat telah berada pada keadaan setimbang.

Gambar 5c menunjukkan bahwa sintesis zeolit pada temperatur kamar dengan lama waktu *aging* 72 jam memiliki struktur amorf dan kristalinitas rendah. Dalam penelitian ini, sintesis dilakukan secara paralel dengan sampel yang berbeda untuk masing-masing variasi waktu *aging*. Data yang diperoleh dari sintesis ini hanya terdapat satu data, sehingga data tersebut tidak dapat digunakan untuk mengambil kesimpulan pada waktu *aging* 72 jam.

Dari hasil analisis difraktogram di atas dapat dilihat bahwa waktu optimal yang diperlukan dalam sintesis zeolit pada temperatur kamar terjadi pada sintesis dengan lama waktu *aging* 48 jam. Hal ini terjadi karena pada hasil sintesis tersebut telah membentuk zeolit dengan tipe zeolit X (Na) dan memiliki kristalinitas yang paling tinggi dibandingkan dengan hasil sintesis yang lain.

b. Analisis Spektrum Inframerah Hasil Sintesis

Karakterisasi susunan gugus fungsional dilakukan dengan menggunakan spektroskopi inframerah (FTIR). Pola serapan inframerah yang digunakan dalam penelitian ini dilakukan pada daerah bilangan gelombang 300-4000 cm^{-1} . Spektrum inframerah serbuk yang dihasilkan pada penelitian ini ditunjukkan pada Gambar 6 untuk variasi waktu *aging* 24 jam, Gambar 7 untuk variasi waktu *aging* 48 jam, dan Gambar 8 untuk variasi waktu *aging* 72 jam.

Spektrum masing-masing variasi waktu *aging* diinterpretasikan dengan membandingkan antara spektrum hasil sintesis dan hasil interpretasi kerangka struktur zeolit X pada penelitian yang dilakukan oleh Sholeh Nura Aditama (2015). Interpretasi masing-masing spektrum inframerah hasil sintesis dapat dilihat pada Tabel 8.

Tabel 8. Interpretasi Spektrum Inframerah Hasil Sintesis

No.	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)				Interpretasi
	Variasi 24 jam	Variasi 48 jam	Variasi 72 jam	Zeolit X*	
1.	3448,72	3448,72	3448,72	3448	Gugus –OH
2.	1635,64	1635,64	1635,64	1637	Tekukan H-O-H
3.	1103,28	972,12	1033,85	1017	Regangan asimetri T-O internal (T = Si atau Al)
4.	786,96	740,67	-	773	Regangan simetri T-O internal (T = Si atau Al)
5.	570,93	563,21	578,64	570	Cincin ganda
6.	470,63	462,92	493,78	463	Tekukan O-T-O (T= Si atau Al)

*(Sumber: Sholeh Nura Aditama, 2015)

Berdasarkan hasil analisis spektroskopi inframerah tersebut dapat dilihat bahwa hasil sintesis pada temperatur kamar dengan variasi waktu *aging* 48 jam memiliki kemiripan susunan gugus fungsi yang dimiliki oleh zeolit X. Sehingga dapat disimpulkan bahwa hasil sintesis dengan variasi waktu *aging* 48 jam mengandung gugus fungsi penyusun zeolit X. Perbedaan intensitas serapan puncak-puncak menunjukkan adanya perbedaan dari pembentukan zeolit. Semakin tajam intensitas serapan menunjukkan semakin tinggi struktur atau gugus fungsi yang terbentuk (Purbaningtias dan Prasetyoko dalam Sholeh Nura Aditama, 2015). Sedangkan pada hasil sintesis dengan variasi waktu *aging* 24 dan

48 jam memiliki puncak-puncak yang lemah karena pada hasil sintesis tersebut belum menghasilkan zeolit.